

PERBANDINGAN METODE MICROWAVE HYDRODISTILLATION (MHD) DAN MICROWAVE HYDRODIFFUSION AND GRAVITY (MHG) UNTUK MENGEKSTRAK MINYAK ATSIRI DARI KULIT JERUK

Ayu Chandra K. F, Fikka Kartika W.

PS. Teknik Kimia, Fak. Teknik. Universitas Tribhwana Tunggadewi Malang

Email : ayu.chandra21@gmail.com

ABSTRACT

One source of essential oil that has long been popular is a citrus fruit (*Citrus aurantium*). Results waste citrus peel around 500,000 tonnes per year. So the prospects for the utilization of waste orange peel are big enough to extract the essential oil. However, conventional extraction methods have drawbacks in terms of product quality, so to find solutions to these shortcomings, it is necessary to use the extraction method by Microwave Hydrodiffusion and Gravity (MHG). This method combines the use of microwave heating and physical phenomena (hydrodiffusi and earth gravity) at atmospheric pressure, without addition of organic solvents or water. In this study used fresh orange peel material 400 and 500 grams, two variable microwave power of 100 and 300 Watt and the extraction time for 15, 30, 45 and 60 minutes. To know the processing time and the microwave power effective method of MHG, oil composition was analyzed by GCMS to determine the amount of the fraction of oxygenated compounds. The larger of installed microwave power, the higher of operating temperature, so the %yield increases in a shorter time. From the comparison of energy consumed, the MHG method is give 30% more energy efficient than the Microwave Hydrodistillation (MHD) method. The use of microwaves does not change the physical properties of oil. The oil produced from the MHG method has a good quality because it has specific gravity and refractive index values that meet the EOA quality standard and has a greater oxygenated compounds content than the MHD method

Keywords : *Citrus peel, esential oil, Microwave Hydrodiffusion and Gravity*

PENDAHULUAN

Tanaman jeruk yang paling populer adalah jeruk manis (*Citrus Aurantium*). Terlihat dari semakin meningkatnya konsumsi jeruk di Indonesia. Bahkan produksinya menempati posisi ketiga dari total produksi buah-buahan di Indonesia, namun hasil limbah kulit jeruk sekitar 500.000 ton per tahun. (Balitjestro, 2012). Sehingga prospek pemanfaatan limbah buah jeruk yang berupa kulit jeruk untuk diambil minyak atsirinya cukup besar, apalagi manfaatnya luas di berbagai bidang.

Minyak atsiri atau essential oil adalah istilah untuk minyak yang mudah menguap dan

dapat diperoleh dari tanaman (daun, bunga, buah, kulit, batang dan akar) dengan cara

ekstraksi maupun destilasi. Minyak atsiri merupakan campuran lebih dari 25 senyawa aromatik (Guenther, 1987). Senyawa yang terkandung dalam minyak atsiri jeruk (*citrus oil*) seperti *limonene*, α -*pinene*, β -*pinene*, *citronellal* dan *geraniol* (*rhodionol*) bermanfaat dalam bidang kesehatan yaitu menghambat pertumbuhan sel kanker (*chemoprevention*), sebagai antioksidan, antimikroba, antiaging, dan menghindarkan dari radikal bebas,. Senyawa tersebut juga memiliki bau yang harum, sehingga dapat digunakan dalam industri aromatik hilir seperti

untuk pewangi sabun, kosmetik, *flavoring agent* untuk aneka makanan minuman, industri

Isolasi beberapa senyawa dalam minyak atsiri jeruk juga dapat diterapkan untuk mengembangkan “industri antara” minyak atsiri yaitu industri yang menghasilkan barang setengah jadi yang dibutuhkan industri aromatik hilir. Karena sebagian besar Industri minyak atsiri di Indonesia masih merupakan industri aromatik hulu (hanya menyediakan minyak atsiri mentah yang langsung diekspor).

Berbagai metode konvensional telah dilakukan untuk mengekstrak minyak atsiri jeruk, mulai dari metode *cold pressing*, *solvent extraction*, *hydrodistillation*, dan *steam distillation*. Hanya saja metode konvensional memiliki kekurangan terutama dalam kualitas produk, diantaranya waktu proses yang terlalu lama, hilangnya beberapa senyawa penting yang volatil, degradasi senyawa penting dalam minyak karena efek pemanasan dan hidrolisis, rendahnya efisiensi ekstraksi, konsumsi energi yang besar, dan adanya residu pelarut beracun yang tertinggal dalam ekstrak. (Sawamura et al. 2010). Untuk mencari solusi terhadap kekurangan tersebut, perlu digunakan “*green technique*” baru dalam ekstraksi minyak atsiri, yaitu menggunakan pemanasan *microwave*. Penelitian terdahulu menunjukkan bahwa ekstraksi dengan *microwave* lebih efektif, karena waktu proses yang singkat, dapat dihasilkan kadar kemurnian produk dan yield yang tinggi, dan minimnya pemakaian solvent/pelarut (Ferhat, 2006).

Metode yang berhasil dikembangkan antara lain metode *microwave hydrodistillation* (MHD) yang merupakan kombinasi antara penyulingan air dengan pemanas *microwave* (Stashenko, 2004, dan Golmakani, 2008). Kemudian metode *microwave steam distillation* (MSD) yang mengkombinasikan antara pemanasan *microwave* dengan *steam distillation* (Chemat et al., 2008). Selanjutnya dikembangkan

parfum dan aromaterapi. (Sawamura et al. 2010).

kan juga metode *Microwave Hydrodiffusion and Gravity* (MHG) yang mengkombinasikan pemanasan *microwave* dan pemanfaatan gravitasi bumi pada tekanan atmosferik, tanpa penambahan pelarut organik ataupun air. Sehingga cukup memanfaatkan fenomena fisik, hydrodiffusi tanpa destilasi dan evaporasi. (Chemat et al., 2008). Metode ini lebih hemat dalam konsumsi energi dan penggunaan pelarut dibandingkan metode *microwave hydrodistillation* (MHD) dan *microwave steam distillation* (MSD). Minyak atsiri yang dihasilkan dari metode ini juga memiliki mutu yang lebih baik karena jumlah fraksi senyawa teroksigenasi yang diperoleh lebih banyak. Senyawa teroksigenasi ini berperan dalam meningkatkan aroma minyak menjadi lebih harum. Berdasarkan latar belakang di atas, maka dilakukan penelitian mengenai teknologi ekstraksi minyak atsiri dari kulit jeruk dengan menggunakan metode *Microwave Hydrodiffusion and Gravity* (MHG), agar didapatkan jumlah yield serta mutu minyak atsiri yang lebih baik dengan menganalisa kandungan senyawa teroksigenasinya. Kemudian membandingkan hasilnya secara kuantitas dan kualitas dengan metode *Microwave hydrodistillation* (MHD).

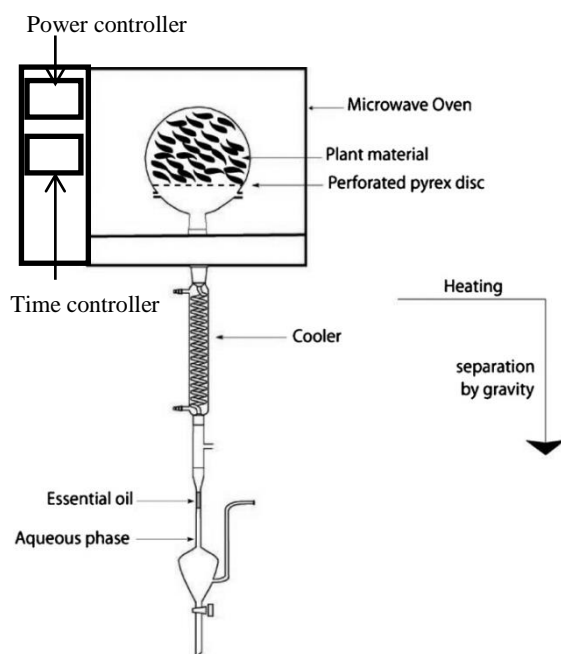
METODE PENELITIAN

Penelitian ini menggunakan kulit jeruk manis (*Citrus Aurantium*) yang diperoleh di daerah Dau Kabupaten Malang, untuk diekstrak minyaknya. Jeruk dikupas kulitnya secara manual, yang mengandung yield sejumlah 20% (w/w) dari kulit jeruk terhadap keseluruhan yield buah jeruk.

Alat utama yang digunakan yaitu *Microwave* merk Panasonic model NN-ST651M (multimode), dengan daya maksimum 1000 Watt, Frekuensi Magnetron 2,45 GHz, dengan dimensi: $p=36,5$ cm, $l=35,5$ cm, $t=25$ cm.

Kapasitas 32 liter. Dilengkapi dengan reaktor vessel round bottom flask berkapasitas 2 liter dari bahan kaca pyrex serta dilengkapi dengan pengatur/ controller waktu dan daya, kondensor dan corong pemisah (Florentine flask). Skema alat diilustrasikan pada gambar 1.

Peralatan untuk analisa minyak atsiri menggunakan piknometer (mengukur densitas dan specific gravity minyak), refraktometer (untuk mengukur indeks bias), dan peralatan pendukung berupa gelas ukur, beaker glass, corong pisah, dan thermometer. Sedangkan alat analisa yang digunakan adalah Gas Chromatography and Mass Spectrometri (GCMS) merk QP2010 PLUS. Menggunakan kolom non polar HP5MS (30 m x 0.25 mm x 0.25 μm film thickness). Gas pembawa (Helium), volume injeksi 1 μl , suhu injeksi 300°C.



Gambar 1. Skema Peralatan Metode Microwave Hydrodiffusion and Gravity

Pelaksanaan Penelitian

Pada penelitian ini digunakan massa kulit jeruk segar 400 gram, dua variabel daya microwave 100 dan 300 Watt. Sebelum diekstrak, sample kulit jeruk dianalisis terlebih

dahulu kadar airnya dan kadar yield minyak hasil soxhlet extraction.

Dalam metode ini, digunakan reaktor berkapasitas 2 liter untuk mengekstrak minyak dari kulit jeruk. Gambar instalasi alat (lihat Gambar 1). Pemanas yang digunakan adalah *microwave* yang dilengkapi dengan pengatur waktu dan daya. Waktu ekstraksi untuk metode ini selama 60 menit dan dilakukan penampungan hasil ekstraksi dalam corong pemisah serta mengukur volume minyak yang didapat. Minyak yang diperoleh dipisahkan dari air dengan menggunakan corong pemisah, kemudian menampung minyak tersebut pada tabung reaksi. Na_2SO_4 *anhydrous* ditambahkan ke dalam tabung reaksi yang berisi minyak untuk mengikat (menyerap) kadar airnya. Minyak kemudian dipindahkan ke dalam botol sample dan disimpan di dalam freezer (suhu 4°C) sampai analisa dilakukan. Lalu minyak dianalisa komposisinya dengan GCMS untuk mengetahui jumlah fraksi senyawa yang teroksidasi.

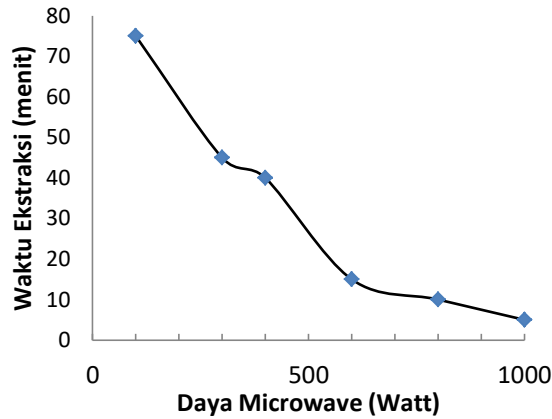
Parameter kuantitas dan kualitas pada minyak atsiri yaitu meliputi yield, indeks bias, specific gravity dan jumlah komponen senyawa teroksidasi.

HASIL DAN PEMBAHASAN

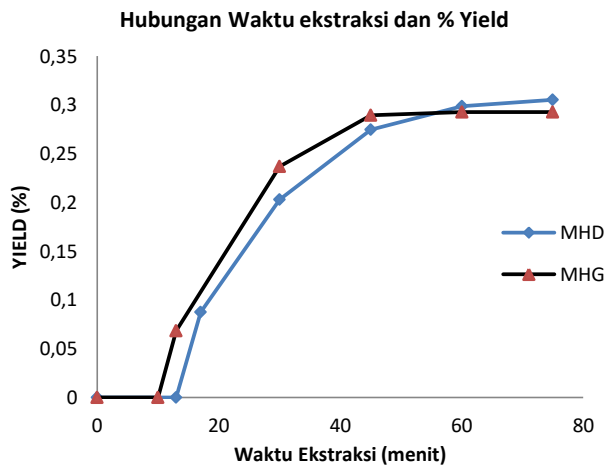
Dalam penelitian ini dibandingkan metode *Microwave Hydrodiffusion and Gravity* (MHG) dan *Microwave hydrodistillation* (MHD) dalam ekstraksi minyak atsiri dari kulit jeruk. Keduanya dibandingkan dalam hal lama waktu ekstraksi, kuantitas yield dan kualitasnya berdasar standard EOA.

Besarnya daya microwave sangat mempengaruhi kecepatan proses ekstraksi. Namun demikian, besarnya daya tidak boleh terlalu tinggi karena dapat menghilangkan senyawa volatile penting yang terkandung dalam bahan. Gambar 2 menunjukkan hubungan antara daya microwave dengan lamanya waktu ekstraksi. Daya microwave 100

W dan 300 W dipilih sebagai daya untuk penelitian karena tidak merusak dan menghilangkan senyawa volatile penting disebabkan suhu yang terlalu tinggi.



Gambar 2. Hubungan Antara Daya Microwave Dengan Lamanya Waktu Ekstraksi

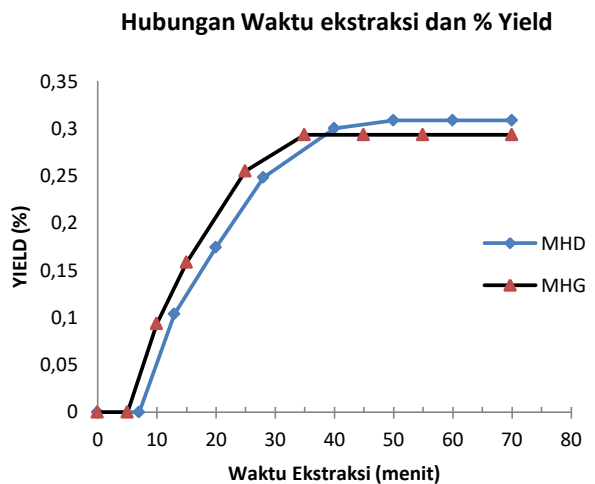


Gambar 3. Hubungan Antara Waktu Ekstraksi dan % Yield Minyak Atsiri pada daya 100 W

Pada variable daya microwave 100 W, laju alir destilat lebih lambat daripada pada daya 300 W. Ini disebabkan daya yang besar memberikan energy dan suhu proses destilasi yang semakin tinggi, sehingga laju alir penguapan/destilasi lebih cepat. Hal ini dapat dilihat bahwa untuk daya 300 W hanya membutuhkan waktu selama maksimal 40 menit didapatkan nilai yield 0,308% sedangkan untuk daya 100 W didapatkan yield 0,29%

dalam waktu 75 menit. Menurut Liang dkk, (2008) menyatakan bahwa daya microwave dan suhu saling berhubungan, karena daya yang tinggi dapat menaikkan suhu operasi di atas titik didih pelarut dan menghasilkan peningkatan % yield hasil ekstraksi. Daya microwave berperan sebagai *driving force* untuk Dari hasil percobaan dapat dilihat bahwa semakin besar daya yang digunakan, semakin tinggi juga suhu operasi.

Kenaikan suhu adalah akibat dari kemampuan bahan & pelarut untuk menyerap energi dari gelombang mikro. Ukuran yang menunjukkan kemampuan untuk menyerap gelombang mikro disebut konstanta dielektrik. Jika medan listrik pada suatu volume dianggap seragam, maka besarnya daya/energi (yang diserap per unit volume) berbanding lurus dengan kuat medan listrik, frekuensi dan *dielectric loss factor* (Thostenson, 1999). Daya adalah banyaknya energi yang dihantarkan per satuan waktu (Joule/sekon). Persamaan daya secara umum, $P = V \cdot I$ (Voltage x Arus) memberikan hubungan antara daya dan arus listrik. Menurut hukum Ampere-Maxwell, arus listrik dapat menghasilkan medan magnetic yang kemudian perubahan medan magnetic terhadap waktu akan menghasilkan medan listrik.



Gambar 4. Hubungan Antara Waktu Ekstraksi dan % Yield Minyak Atsiri pada daya 300 W

Dielectric properties (konstanta dielektrik) pada suatu bahan/material berperan dalam menentukan interaksi antara medan listrik dan molekul bahan. Laju konversi energy listrik menjadi energi thermal dalam bahan digambarkan oleh (Chen dkk, 1993) sebagai berikut :

$$P = K \cdot f \cdot \epsilon' E^2 \tan \delta$$

dimana P = daya microwave mentransfer energi per satuan volume, K = konstanta, $\tan \delta$ = *dielectric loss tangent*, f = frekuensi yang diterapkan

ϵ' = konstanta dielektrik absolute pada bahan, dan E = Kuat medan listrik

Dari hasil tersebut, dapat disimpulkan bahwa penggunaan pemanas *microwave* selain dapat mempersingkat waktu destilasi, juga dapat meningkatkan jumlah % yield yang diperoleh. Hal ini disebabkan pada metode yang menggunakan pemanas microwave, terjadi perpindahan massa dan panas yang bekerja dalam arah yang sama yaitu dari dalam bahan menuju ke luar permukaan bahan dan pelarut. Transfer energy gelombang mikro terjadi secara langsung (radiasi) menuju bahan dan pelarut melalui interaksi molekuler (molekul-molekul polar di dalam bahan dan pelarut) dengan medan elektromagnetik yang dihasilkan microwave, yang selanjutnya dikonversi menjadi energi panas. Sehingga kombinasi sinergis dua fenomena perpindahan ini mempercepat proses difusi minyak menuju permukaan bahan dan pelarut. (Chemat dkk, 2009). Pada metode konvensional yang menggunakan pemanas heating mantle, transfer energi atau perpindahan panasnya terjadi secara konduksi, konveksi dan radiasi dari dinding labu (distiller) menuju pelarut dan permukaan bahan dengan adanya gradient suhu. Akibatnya laju pemanasan menjadi lambat. Perpindahan panas ini dipengaruhi oleh konduktivitas thermal dan perbedaan suhu dalam bahan. Sedangkan perpindahan massanya terjadi dari dalam bahan menuju

permukaan luar bahan. Sehingga kecepatan difusi minyak menuju permukaan bahan dan pelarut menjadi lambat.

Hasil Analisa Properti/Sifat Fisik dan Kimia Minyak Kulit jeruk

Berdasarkan standard EOA (1994), karakteristik/sifat fisika minyak kulit jeruk ditentukan oleh beberapa parameter, antara lain *specific gravity* dan indeks bias. Oleh karena itu, minyak kulit jeruk yang dihasilkan kemudian dianalisa densitasnya untuk mendapatkan nilai *specific gravity*, serta dianalisa indeks biasnya. Berikut ini adalah data mutu minyak dari hasil analisa yang telah dilakukan.

Berdasar tabel 1 diperoleh data bahwa sebagian besar parameter property yaitu *specific gravity* dan indeks bias menunjukkan nilai yang sesuai dengan range standard mutu EOA. Nilai indeks bias dan *specific gravity* yang kecil pada metode MHD disebabkan penggunaan solvent air yang mempengaruhi mutu minyak atsiri. Sedangkan pada metode MHG tidak menggunakan solvent.

Tabel 1. Hasil Analisa Properti Minyak Kulit jeruk

Properti	Standard Mutu (SNI/EOA)	MHD (300 W)	MHG	
			100 W	300 W
Spesific Gravity 25 °C/ 25°C	0.840 – 0.853	0.838	0.850	0.853
Indeks Bias 20°C	1.471 – 1.475	1.471	1.475	1.475

Tabel 2. Hasil Analisa komposisi kimia minyak atsiri jeruk dengan GCMS (% massa)

Senyawa	MHD (300 W)	MHG (300 W)
Monoterpenes	89,6	87,5
Oxygenated Monoterpenes	5,8	7,0
Sesquiterpenes	1,3	1,0
Oxygenated Sesquiterpenes	0,3	0,9

Other Oxygenated Compounds	2,5	4,0
Total Oxygenated Compounds	8,6	11,9
Lama Ekstraksi (menit)	50	35
% Yield	0,3	0,293

Dari Tabel 2, komposisi kimia minyak atsiri jeruk yang diperoleh dari metode MHD dan MHG secara umum hampir sama. Komponen yang dominan dalam minyak jeruk adalah Limonene. Pada minyak atsiri kulit jeruk, golongan monoterpene hydrocarbon merupakan golongan yang memiliki komponen yang paling banyak. Namun golongan monoterpene hydrocarbon ini hanya berkontribusi sedikit dalam memberikan keharuman pada minyak. Banyaknya jumlah oxygenated compounds (senyawa teoksigenasi) dalam minyak atsiri berperan dalam meningkatkan aroma minyak menjadi lebih harum, sehingga senyawa teroksigenasi ini lebih valuable. Sedangkan kandungan non-oxygenated compounds (monoterpene hydrocarbons dan sesquiterpen hydrocarbons) dalam minyak kurang valuable, karena sedikit berkontribusi dalam memberikan keharuman minyak.

Minyak atsiri mengandung senyawa-senyawa organik yang mampu menyerap kuat energy microwave. Senyawa yang memiliki momen dipole yang tinggi dan rendah dapat diekstrak dalam berbagai macam proporsi dengan menggunakan microwave. Senyawa organik (oxygenated compounds) yang memiliki momen dipole yang tinggi akan berinteraksi lebih kuat dengan microwave dan dapat diekstrak lebih mudah dibandingkan dengan senyawa aromatic yang memiliki momen dipole rendah (seperti monoterpene hydrocarbons).

Pada Tabel 2 untuk metode MHG didapatkan jumlah oxygenated compounds (11,9%) yang lebih besar daripada metode

MHD (8,6%). Karena pada MHD menggunakan pelarut air yang bersifat polar sehingga mempercepat terjadinya banyak reaksi termasuk reaksi hidolisis, yang mengakibatkan jumlah senyawa teroksigenasi lebih sedikit.

Hal ini menunjukkan bahwa metode MHG mampu menghasilkan kualitas/mutu minyak yang lebih baik daripada metode MHD, meskipun %yield minyak yang dihasilkan metode MHG sedikit lebih rendah daripada MHD.

Tabel 3. Konsumsi Energi yang dibutuhkan antara Metode MHG dan MHD

	MHD (300 W)	MHG (300 W)
Waktu Ekstraksi (menit)	50	35
Konsumsi Energi (Wh)	250	175

Berdasarkan % yield yang diperoleh, pada metode MHD diperoleh %yield 0,3% selama 50 menit proses ekstraksi, sebanding dengan %yield dari metode MHG sebesar 0,293% selama 35 menit proses. Dari perbandingan energi yang dikonsumsi, metode MHG lebih hemat energy 30 % dibandingkan dengan metode MHD.

KESIMPULAN

Semakin besar daya microwave yang dipasang, maka suhu operasi makin tinggi, sehingga % yield yang didapat meningkat dalam waktu yang lebih singkat. Berdasarkan % yield yang diperoleh, pada metode MHD diperoleh yield 0,3% selama 50 menit proses ekstraksi, sebanding dengan yield dari metode MHG sebesar 0,293% selama 35 menit proses.

Dari perbandingan energi yang dikonsumsi, metode MHG lebih hemat energy 30 % dibandingkan dengan metode MHD. Penggunaan microwave tidak memberikan perubahan pada property fisik minyak. Minyak

yang dihasilkan dari metode MHG memiliki mutu yang baik karena memiliki nilai specific gravity dan indeks bias yang memenuhi standar mutu EOA dan memiliki kandungan senyawa teroksigenasi (oxygenated compounds) yang lebih besar, daripada metode MHD

DAFTAR PUSTAKA

- Abert Vian M, Fernandez X, Visioni F, Chemat F .(2008). *Microwave hydrodiffusion and gravity: a new technique for extraction of essential oils*. Journal of Chromatography A, Vol. 1190:14–17.
- Balai Penelitian Tanaman Buah Tropika, Solok. (2008). *Minyak Atsiri Jeruk: Peluang Meningkatkan Nilai Ekonomi Kulit Jeruk*. **Warta Penelitian dan Pengembangan Pertanian Vol. 30, No. 6..**
- Chandra, A., (2014). *Ekstraksi Minyak Atsiri dari bunga kulit jeruk dengan Menggunakan Metode Hydrositillation, Microwave Hydrodistillation dan Microwave Steam Hydrodistillation*. Thesis Jurusan Teknik Kimia FTI-ITS. Surabaya
- Chemat F. dan Cravotto G. (2013). *Microwave-assisted Extraction for Bioactive Compounds: Theory and Practice*. Springer. New York. Hal 1-52.
- Ferhat M. A, Meklati B, Smadja J., Chemat F, (2006). *An Improved Microwave Clevenger Apparatus For Distillation Of Essential Oils From Orange Peel*. Journal of Chromatography A, Vol 1112, hal. 121-126.
- Ferhat, M.A., Meklati, B.Y., Chemat, F. (2007). *Comparison of different isolation methods of essential oil from Citrus fruits: Cold pressing, hydrodistillation and microwave “dry”distillation* . Flavour and Fragrance Journal **22** : 494 – 504.
- Golmakani M. dan Rezaei K., (2008). *Comparison of microwave-assisted hydrodistillation with the traditional hydrodistillation method in the extraction of essential oils from Thymus vulgaris L*. Food Chemistry, Vol. 109, hal. 925
- Guenther, Ernest. (1987). *Minyak Atsiri Jilid I*. Penerjemah Ketaren S. Universitas Indonesia Press. Jakarta.
- Ladaniya M. (2008). *Citrus Fruit : Biology, Technology, and Evaluation*. Elsevier. London.
- Reineccius, G. (1994). *Source Book Of Flavors, second edition*. Essential Oil Association of USA, Inc. Springer Science. England
- Sawamura, M. (2010). *Citrus Essential Oils: Flavor and fragrance*. John Wiley & Sons, Inc., Publication. New Jersey
- Thostenson, E.T., dan Chou, T.-W., (1999). *Microwave Processing: Fundamentals and Applications*. The Journal of Composites Part A : Applied Science and Manufacturing. Vol. 30, hal. 1055–1071.